

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-305202

(43)公開日 平成5年(1993)11月19日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

B 0 1 D 11/00

6525-4D

// C 0 9 K 3/10

Z

審査請求 未請求 請求項の数4(全10頁)

(21)出願番号 特願平4-111600

(22)出願日 平成4年(1992)4月30日

(71)出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

(72)発明者 一宮 誠

神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号 株式

会社神戸製鋼所神戸本社内

(72)発明者 加藤 修

神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号 株式

会社神戸製鋼所神戸本社内

(72)発明者 西田 英夫

東京都千代田区丸の内1丁目8番2号 株

式会社神戸製鋼所東京本社内

(74)代理人 弁理士 小谷 悦司 (外3名)

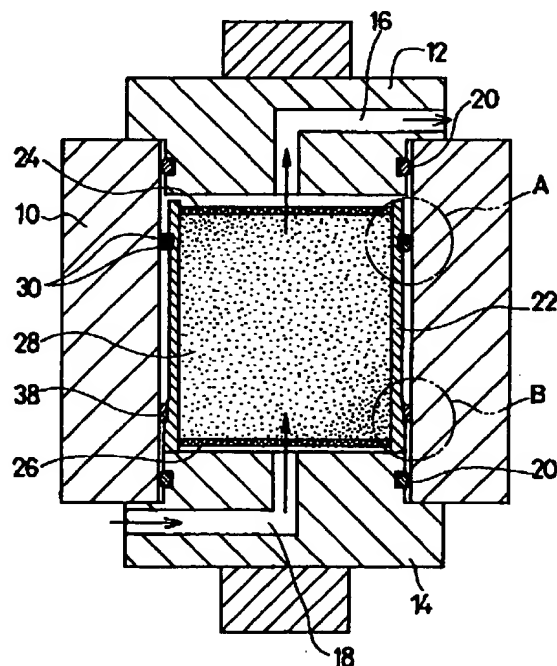
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 超臨界流体抽出装置

(57)【要約】

【目的】 装置のコンパクト化を妨げず、またシール部材の摩耗、損傷を促進することなく、内側容器を外側容器内にスムーズに充填することを可能にする。

【構成】 外側容器10内に上から内側容器22を挿入する。内側容器22の上端部近傍の外周面または外側容器の下端部近傍の内周面に、両容器の間をシールするシール部材30を設ける。上記内側容器22の下端部近傍の外周面または外側容器10の上端部近傍の内周面に、両容器10、22の接触を阻むガイド部材38を設ける。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 内部が密閉され、この内部に上下方向に超臨界流体が通される外側容器と、この外側容器内に上から挿入され、上下部に上記超臨界流体が通過可能なフィルタが設けられ、内部に被処理物を収納する内側容器とを備えた超臨界流体抽出装置において、上記内側容器の上端部近傍の外周面に、上記外側容器の内周面との接触によりこの外側容器と上記内側容器との間をシールするシール部材を設けるとともに、上記内側容器の下端部近傍の外周面に、両容器よりも柔らかい材質を有し、上記内側容器の外周面と上記外側容器の内周面との接触を阻止するガイド部材を設けたことを特徴とする超臨界流体抽出装置。

【請求項2】 内部が密閉され、この内部に上下方向に超臨界流体が通される外側容器と、この外側容器内に上から挿入され、上下部に上記超臨界流体が通過可能なフィルタが設けられ、内部に被処理物を収納する内側容器とを備えた超臨界流体抽出装置において、上記外側容器の下端部近傍の内周面に、上記内側容器の外周面との接触によりこの内側容器と外側容器との間をシールするシール部材を設けるとともに、上記外側容器の上端部近傍の内周面に、両容器よりも柔らかい材質を有し、上記外側容器の内周面と内側容器の外周面との接触を阻止するガイド部材を設けたことを特徴とする超臨界流体抽出装置。

【請求項3】 請求項1または2記載の超臨界流体抽出装置において、上記シール部材を引張強度が250kgf/cm<sup>2</sup>以上の材料で形成したことを特徴とする超臨海流体抽出装置。

【請求項4】 請求項1または2記載の超臨界流体抽出装置において、上記シール部材をガス透過率が10000cc/cm<sup>2</sup>/mm/s/cmHg以上の材料で形成したことを特徴とする超臨海流体抽出装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、固体物質（例えば天然物質、セラミックス）より所定の物質を抽出するための超臨界流体抽出装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、被処理物から所望の成分を抽出する手段として、超臨界流体を利用した技術が注目を集めている。

【0003】図7は、上記超臨界流体を利用した抽出装置の一例を示したものである。

【0004】図において、90は筒状の外側容器であり、この外側装置90の上下が上蓋91及び下蓋92によって塞がれている。下蓋92には図略の超臨界流体導入通路が設けられ、上蓋91には図略の超臨界流体排出通路が設けられており、これらの通路を用いて外側容器90内に超臨界ガスが下から上へ向かう方向に通される

ようになっている。そして、上蓋91を開けた状態で上から内側容器93が挿入されるようになっている。

【0005】この内側容器93の上下には、流体のみを通すフィルタが設けられ、この内側容器93の内部には被処理物が収納可能とされている。この内側容器93の下端部近傍の外周面には、緊張状態でリング状のシール部材94が嵌められており、このシール部材94と外側容器90の内周面との接触により、両容器90、93の間がシールされるようになっている。

10 【0006】このようなシールがなされていることにより、下蓋92の超臨界流体導入通路から外側容器90内に導入された超臨界流体は、内側容器93の外側を流れることなくその内部に流入する。そして、この内側容器93内の被処理物に含有される所定の成分が溶け込んだ状態で内側容器93の上部フィルタ及び上蓋91の超臨界流体排出通路を経て外側容器90の外部に導出される。

【0007】

20 【発明が解決しようとする課題】上記装置では、内側容器93の下端部近傍にシール部材94が設けられており、かつ内側容器93は外側容器90に対して上方から挿入されるようになっているので、仮に外側容器90の内径をすべて均一とすると、内側容器93を挿入する際に上記シール部材94が外側容器90の内周面に長い領域にわたって擦られることになり、この擦れによってシール部材94の摩耗損傷が促進される不都合がある。

【0008】このような不都合を解消する手段としては、上記図7に示されるように、外側容器90の上半部の内径を下半部の内径よりも大きく設定し、この部分ではシール部材94が外側容器90の内周面に接触しないようにすることが考えられる。しかし、このような構造を採用すると、内側容器93を充填した状態で、この内側容器93と外側容器90との間に図示されるようなデッドスペース95が形成されることになり、装置のコンパクト化の妨げとなる。また、シール部材94を単純に内側容器93の上部に設けただけの構造では、この内側容器93の挿入の際、同容器93の下端部が水平方向にぶれ、この下端部と上記外側容器90の内周面とが当たって両者が損傷するおそれがある。

40 【0009】本発明は、このような事情に鑑み、装置のコンパクト化を妨げず、またシール部材の摩耗、損傷を促進することなく、内側容器を外側容器内にスムーズに充填することができる超臨界流体の抽出装置を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、内部が密閉され、この内部に上下方向に超臨界流体が通される外側容器と、この外側容器内に上から挿入され、上下部に上記超臨界流体が通過可能なフィルタが設けられ、内部に被処理物を収納する内側容器とを備えた超臨界流体抽出装

置において、上記内側容器の上端部近傍の外周面に、上記外側容器の内周面との接触によりこの外側容器と上記内側容器との間をシールするシール部材を設けるとともに、上記内側容器の下端部近傍の外周面に、両容器よりも柔らかい材質を有し、上記内側容器の外周面と上記外側容器の内周面との接触を阻止するガイド部材を設けたものである（請求項1）。

【0011】また、上記外側容器の下端部近傍の内周面に、上記内側容器の外周面との接触により上記シール部材を設けるとともに、上記外側容器の上端部近傍の内周面に上記ガイド部材を設けるようにしてもよい（請求項2）。

【0012】上記シール部材の具体的な材質としては、上記超臨界流体として二酸化炭素ガスを用いる場合、引張強度が250kgf/cm<sup>2</sup>以上の材料やガス透過率が10000cc/cm<sup>2</sup>/mm/s/cmHg以上の材料で形成したものが好適である（請求項3、4）。

【0013】

【作用】まず、請求項1記載の装置によれば、内側容器の挿入の際、この内側容器に設けられたガイド部材が同容器の下端部近傍の外周面と外側容器の内周面との間に介在することにより、両者の接触が阻止される。そして、内側容器の大部分が外側容器内に挿入された時点でようやくシール部材が外側容器の内周面と接触し、最終の状態では、このシール部材と外側容器の内周面との接触で、両容器間のシールが果たされる。

【0014】また、請求項2記載の装置においても、内側容器の挿入の際に同容器の外周面と外側容器の内周面との間にガイド部材が介在することにより、この内側容器は外側容器と接触することなく下方へ挿入され、その大部分が挿入された時点でようやく内側容器の下端部外周面がシール部材に接触することとなる。

【0015】さらに、請求項3、4記載の装置によれば、上記超臨界流体として二酸化炭素ガスを用いた場合、ブリストー現象が未然に防がれる。ここでブリストー現象とは、高圧状態でシール部材に流体が侵入した後、減圧しても上記流体が抜け切れず、シール部材が膨潤する現象をいい、この膨潤性の有無は、流体漏れを防ぐ上で非常に重要なファクタとされているものである。

【0016】

【実施例】

i) 第1実施例（図1～図4）

ここに示される装置は、金属等からなる円筒状の外側容器10を備え、この外側容器10の上下開口は上蓋12及び下蓋14で塞がれるようになっている。上蓋12の中央には超臨界流体排出通路16が、下蓋14の中央には超臨界流体導入通路18がそれぞれ上下方向に貫設されている。また、両蓋12、14において外側容器10の開口部に嵌着される部分には、それぞれリング状のシール部材20が外嵌されており、これらのシール部材20

0と外側容器10の内周面との接触によって、外側容器10内の密封が図られている。

【0017】この外側容器10内には、上記上蓋12を外した状態で、上から内側容器22が挿入されるようになっている。この内側容器22の本体は金属等で筒状に形成され、その上下部に、流体のみを通過させるフィルタ24、26が設けられており、この内側容器22の内部には固形状の被処理物28が充填可能となっている。

さらに、この装置の特徴として、上記内側容器22の上端部近傍の外周面に、上下一対のリング状シール部材30が装着されている。詳しくは、上記内側容器22の上端部近傍の外周面に、図2に示されるような溝34が周方向に形成されており、この溝34内に上記シール部材30が引張状態で嵌め込まれている。

【0018】このシール部材30は、図4に示されるように、U字の形よりもさらに内側に湾曲した形状の板バネ32の外側にゴムや樹脂等のシール材31が固定された二重構造となっており、このシール材31の両端部外面にはシール用の突起33が突設されている。このシール部材30は、通常は上記バネ32の本来の形状通り両端部が若干閉じた形状となっているが（図4の実線）、図2に示されるような装着状態で外側容器10内の圧力が高まることにより、この圧で上記バネ32の弾発力に抗して上記両端部が開き（図4の二点鎖線）、図2に示されるように上記溝34の外周面と外側容器10の内周面とに圧接するようになっている。

【0019】一方、内側容器22の下端部近傍の外周面には、両容器10、22の材質よりも柔らかい材料、例えばテフロン樹脂等で形成されたリング状のガイド部材38が固定されている。このガイド部材38は、図3に示されるように、上記内側容器22の外周面に形成された段部36内に嵌め込まれた状態で同段部36に固定されており、その角部は面取りされている。

【0020】次に、この装置の作用を説明する。

【0021】まず、内側容器22内に被処理物28を充填するとともに、外側容器10から上蓋12を外しておき、この外側容器10内に上記内側容器22を上から挿入する。

【0022】この挿入の際、内側容器22の下端部近傍の外周面と外側容器10の内周面との間にガイド部材38が介在することにより、両容器10、22の接触が阻まれ、内側容器22は、その下端部が水平方向にぶれることなく真っ直ぐ下方にスムーズに外側容器10内に挿入されていく。一方、シール部材30は、内側容器22の大部分が外側容器10内に挿入された時点でようやく外側容器10の内周面と接触し始め、完全に挿入された状態では、上記接触によって両容器10、22の間をシールする。その後、上蓋12を外側容器10の上端開口部に装着することにより、被処理物のセットが完了し、図1に示される状態となる。

【0023】この状態から、超臨界流体を下蓋14の超臨界流体導入通路18から外側容器10内に導入すると、この超臨界流体は上記シール部材30の存在により外側容器10と内側容器22との間を突き抜けることはできず、流体の略全部がフィルタ26を通して内側容器22内に導入される。そして、この内側容器22内の被処理物28が含有する所望の物質が上記超臨界流体に溶け込んだ状態で、この超臨界流体がフィルタ24を通して内側容器22の外部に排出され、さらに超臨界流体排出通路16を通じて外側容器10の外部に導出される。

【0024】このような装置によれば、シール部材30が内側容器22の上端部近傍に設けられているので、この内側容器22が外側容器10に対して上から挿入されても、この挿入の際にシール部材30が外側容器10の内周面と摺接する領域は極めて僅かであり、よってこの摺接によるシール部材30の摩耗損傷はほとんどない。しかも、この内側容器22の下端部近傍には、両容器10、22よりも柔らかい材料からなるガイド部材38が設けられているので、このガイド部材38が内側容器22を正しく下方に案内し、この容器22と外側容器10との接触を阻むことにより、容器10、22同士の当接による両容器10、22の損傷が未然に防がれる。

【0025】なお、本発明は、この実施例に示されるように超臨界流体が下から上へ通されるものに限らず、上から下に通されるものであってもその効果を得ることができる。

【0026】また、上記シール部材30やガイド部材38の具体的な形状は問わず、例えばガイド部材38の場合は、上記のようなリング状とせず、周方向に複数個に分割したものを内側容器22の外周面にその周方向に並べて配設するようにしてもよい。

【0027】ii) 第2実施例(図5)

上記実施例では、内側容器22側にシール部材30及びガイド部材38の双方を装着したものを示したが、ここでは外側容器10側に上記と同様のシール部材30及びガイド部材38を設けるようにしている。

【0028】具体的に、上記外側容器10の下端部近傍

の内周面には、凹部40が形成され、この凹部40内に上記上下一対のシール部材30が固定されている。またガイド部材30は、外側容器10の上端部近傍の内周面に固定されている。

【0029】このような装置においても、外側容器10に対する内側容器22の挿入の際、ガイド部材36が案内の役目を果たすことにより内側容器22のぶれは生じず、両容器10、22の接触を生ずることなくスムーズに内側容器22の充填を行うことができる。また、シール部材30は内側容器22の大部分が外側容器10内に挿入された時点からしかこの内側容器22と接触しないので、この接触により起因するシール部材30の摩耗損傷が抑制される。

【0030】iii) シール部材の材質について

上記装置におけるシール部材30の材質(より詳しくはシール材31の材質)としては、従来からシール用として知られているものなどが適用可能であるが、このシール部材にとって、膨潤性があるか否かは非常に重要なファクタである。すなわち、シール部材が膨潤するとその本来の機能をなさなくなるため、このシール部材が比較的膨潤しやすいものであると、その取替を頻繁に行わなければならない不都合が生じる。一方、このような膨潤性の有無をどのようにして判断するかは従来から大きな課題とされているところである。

【0031】そこで本発明者等は、その材質について研究を重ねた結果、引張強度及びガス透過率が上記膨潤性に密接な関わりがあることを見出し、上記超臨界流体として二酸化炭素ガスを用いた場合、以下に詳述するような条件を満たすものが膨潤性の面から見て特に好適であることを突き止めた。

【0032】図6は、16種類のサンプルについての引張強度及びガス透過率を示したものであり、表1は各サンプルについて行った浸漬テストの結果を示したものである。

【0033】

【表1】

サンプル 符号		亀裂の 有無	太さ変化率 (%)	内径変化率 (%)	評価
A	シリコンゴム(硬さ72)	無	0	2	○
B	シリコンゴム(硬さ81)	無	7	0	○
C	特殊配合のニトリルゴム	無	12	1	○
D	ニトリルブタジエンゴム(硬さ70)	有	35	47	×
E	ニトリルブタジエンゴム(硬さ70)	有	60	35	×
F	ニトリルブタジエンゴム(硬さ90)	有	20	15	×
G	ニトリルブタジエンゴム(硬さ90)	有	10	7	×
H	フッ素ゴム(硬さ68)	有	6	4	×
J	フッ素ゴム(硬さ68)	有	17	16	×
K	エチレンプロピレンゴム	無	27	27	△
L	熱可塑性フッ素エラストマー	亀裂のむくれ	43	25	×
M	フッ素ゴム(硬さ90)	有	31	24	×
N	クロロプレンゴム	有	41	27	×
P	パーフロエラストマー	バババ	2	1	×
Q	パーフロエラストマー	有	18	3	×
R	パーフロエラストマー	有	0	0	×

浸漬テストの内容は次の通りである。

① テスト条件

シール材を抽出槽に入れ、二酸化炭素ガスによって昇圧する。

- ・二酸化炭素圧力 400kg/cm<sup>2</sup>G
- ・二酸化炭素温度 40℃
- ・二酸化炭素保持時間 24時間

② 測定方法

(a) 太さ変化率◇

二酸化炭素への浸漬前後のシール部材の太さの変化率を測定した。

測定はマイクロメータで90°ごとに4点測定し、その平均値を採った。

(b) 内径の変化率◇

浸漬前後のシール部材の内径を、ノギスにて45°ごとに4点測定した。

測定中はシール部材を固定し、このシール部材が変形しないようにした。

【0034】膨潤性の具体的な判断基準として、まず、亀裂の生じているものは使用が困難であるとして対象からはずすことができる。また、亀裂がなくても径の変化率が20%以上のサンプルKは、繰返しの使用により亀裂が生じる蓋然性があり、対象から外すことが好ましい。すなわち、サンプルA～C以外の材質は、膨潤性による不都合があると判断することができる。

【0035】この結果と、図6とを照らし合わせると、二酸化炭素を超臨界流体として用いた場合には、引張強度が250kgf/cm<sup>2</sup>以上の材質、もしくはガス透過率が10000cc/cm<sup>2</sup>/mm/s/cmHg以上の材質がシール材に特に適して\*50

40\*いることがわかる。すなわち、この条件を満たす材料でシール部材30を形成することにより、シール材に膨潤を起こすことなく、良好なシール状態を長期にわたって維持することができる。また、上記図7及び表1には示していないが、引張強度が250kg/cm<sup>2</sup>以上である四フッ化樹脂(ポリテトラフルオロエチレン樹脂)からなるものも良好な結果が得られることが確認されている。

【0036】さらに、耐久テスト、すなわち各サンプルを実際の運転条件(摺動を伴う条件)下においてその寿命を調べる検査を行ったところ、上記四フッ化樹脂はシリコンゴムの90倍、フッ素ゴムの6倍の耐久性を有

していることが確認できた。以上の結果をまとめると、引張強度が $250\text{kg}/\text{cm}^2$ 以上という条件、もしくはガス透過率が $10000\text{cc}/\text{cm}^2/\text{mm}/\text{s}/\text{cmHg}$ 以上という条件を満たす四フッ化樹脂がシール部材の材質として最も好ましいものであるといえる。

【0037】なお、上記実施例において、上蓋12に装着するシール部材20としては、図7(a)に示すような樹脂性のUリング等が好適であり、このUリングを、上蓋12に形成された凹部12a内に下向きに開口する状態で挿入することにより、シールを行うことができる。ただしこの場合、超臨界流体として二酸化炭素ガスを用いると、前記プリスター現象の発生により、図7(b)に示すように、容器内の加圧に起因して、シール部材20の一部に外側容器10の内面と蓋12の外面との隙間内に入り込むような隆起部20aが形成され（いわゆるフローティング）、これが成長することによりシール性を阻害するおそれがある。特に、このフローティングは、上記隙間の径方向寸法dや容器内圧力が大きくなるほど顕著となるので、これらの場合にはその対処を行うことが望ましい。

【0038】その手段の一例を以下に記す。図8は、上記シール部材20の上方にこのシール部材20と同等もしくはそれ以上の硬度（特にショア硬さ）をもつバックアップリング40を嵌め込んだ様子を描いたものである。このバックアップリング40は、JISにも規格されているが、このJIS規格と異なり、バックアップリング40の外径は外側容器10の内径と同等もしくはそれ以上に設定することが極めて望ましい。このようなバックアップリング40を圧入してシール部材20の上面に当てておくことにより、シール部材20のフローティングを未然に防ぐことができる。

【0039】なお、このようなバックアップリング40を用いても、外側容器10が内圧に起因して図9二点鎖線に示すように径方向外側にふくらみ、バックアップ40と外側容器10との間に隙間ができてこの間にシール部材20がフローティングするおそれがある場合には、同図に示すように、バックアップリング40の内周面側の下面にテーパ状の面取り部41を形成することが好ましい。これにより、この面取り部41に形成された側に積極的にシール部材20の内側部分を隆起させることにより、逆の外側部分がバックアップリング40と外側容器10との隙間側にフローティングするのを抑えることができる。

【0040】また、このフローティング防止手段としては、図10に示すような構造も有効である。この構造は、上記上蓋12に形成した凹部12aの外周面上部をテーパ状にするとともに、バックアップリング40の上方に、上記テーパ面と合致するテーパ状の内周面をもつマイタリング42が設けたものである。

【0041】このような構造によれば、内圧により外側

容器10の内周面が図の二点鎖線に示すように径方向に膨らんでも、これに伴ってマイタリング42が上記テーパ面に沿ってスライドし、外側容器10の内周面に接触するため、外側容器10の内側に形成される隙間は上記マイタリング42で微小に抑えられ、これによりフローティングも抑制される。

【0042】

【発明の効果】以上のように本発明は、外側容器内に上から内側容器が挿入される超臨界流体抽出装置において、内側容器の上端部近傍の外周面または外側容器の下端部近傍の内周面にシール部材を設けるとともに、上記内側容器の下端部近傍の外周面または外側容器の上端部近傍の内周面にガイド部材を設けたものであるため、このガイド部材によって両容器の当接を防ぎながら、装置のコンパクト化を妨げることなく内側容器挿入時におけるシール部材と外側容器内周面との接触を最小限に抑えることができ、これに起因するシール部材の摩耗損傷を防ぐことができる効果がある。

【0043】さらに、上記超臨界流体として二酸化炭素ガスを用いる場合、上記シール部材を引張強度が $250\text{kgf}/\text{cm}^2$ 以上の材質やガス透過率が $10000\text{cc}/\text{cm}^2/\text{mm}/\text{s}/\text{cmHg}$ 以上の材料で形成することにより、このシール部材が膨潤することを未然に防ぎ、そのシール効果を長期にわたって良好に保つことができる効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施例における超臨界流体抽出装置の断面正面図である。

【図2】図1のA部拡大図である。

【図3】図1のB部拡大図である。

【図4】上記シール部材の断面正面図である。

【図5】本発明の第2実施例における超臨界流体抽出装置の断面正面図である。

【図6】上記シール部材の浸漬テストにおける各サンプルの引張強度とガス透過率を示すグラフである。

【図7】(a)は上記超臨界流体抽出装置の上蓋と外側容器とのシール構造の一例を示す断面図、(b)は(a)のA部拡大図である。

【図8】上記シール構造にバックアップリングを設けた様子を示す断面図である。

【図9】上記シール構造の変形例を示す断面図である。

【図10】上記シール構造の変形例を示す断面図である。

【図11】従来の超臨界流体抽出装置の一例を示す断面正面図である。

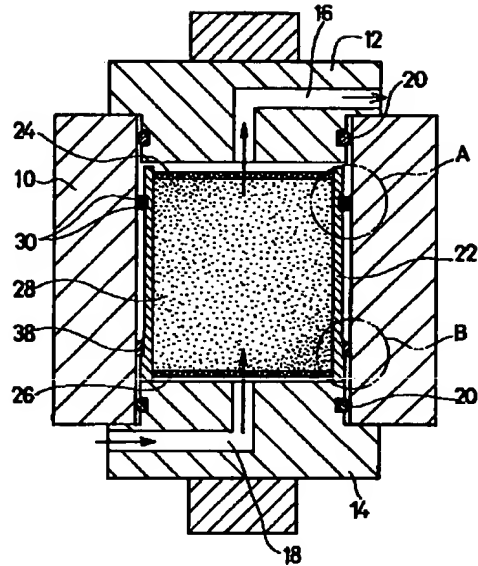
【符号の説明】

- 10 外側容器
- 16 超臨界流体排出通路
- 18 超臨界流体導入通路
- 22 内側容器
- 24, 26 フィルタ

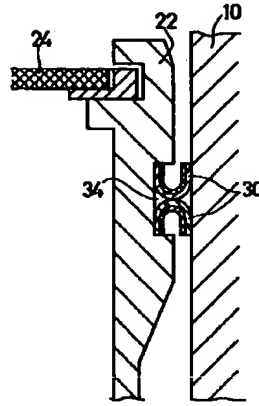
28 被処理物  
30 シール部材

38 ガイド部材

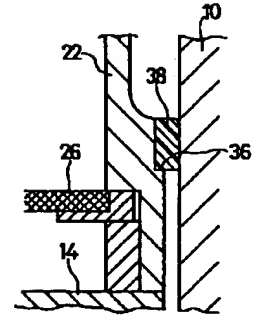
【図1】



【図2】

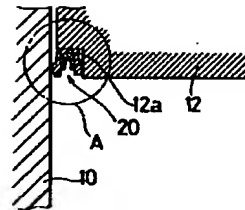


【図3】

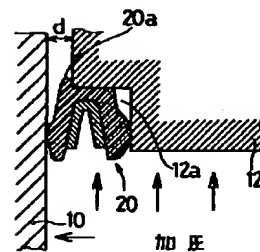


【図7】

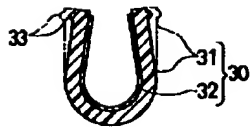
(a)



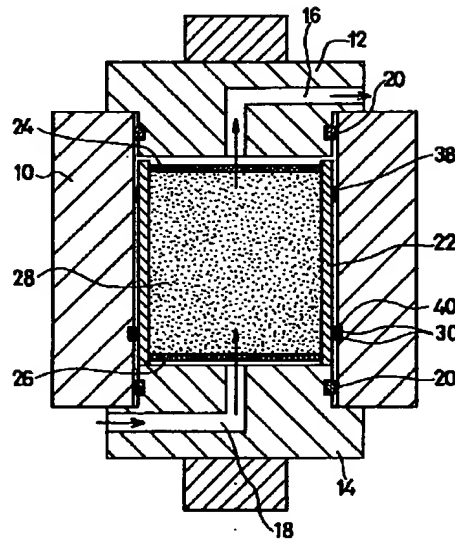
(b)



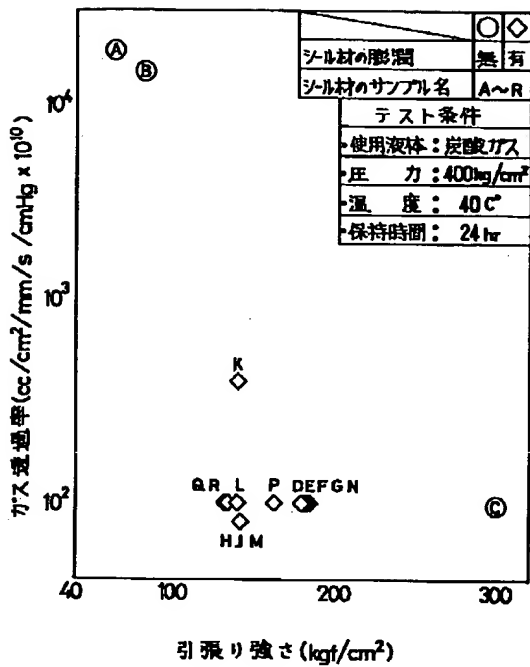
【図4】



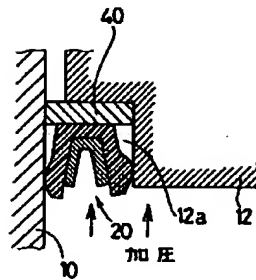
【図5】



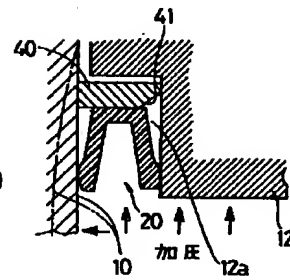
【図6】



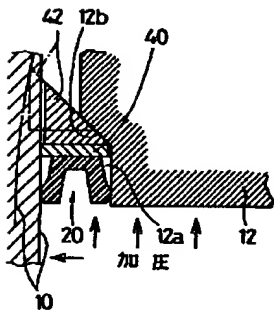
【図8】



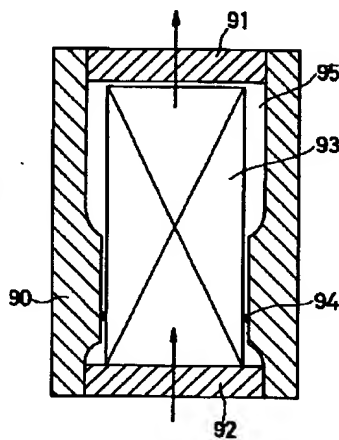
【図9】



【図10】



【図11】



## 【手続補正書】

【提出日】平成4年5月1日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項3

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項3】 請求項1または2記載の超臨界流体抽出

装置において、上記シール部材を引張強度が250kgf/cm<sup>2</sup>以上の材料で形成したことを特徴とする超臨界流体抽出装置。

## 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項4

【補正方法】変更



## 【補正内容】

【請求項4】 請求項1または2記載の超臨界流体抽出装置において、上記シール部材をガス透過率が  $10000\text{cc}$

$/\text{cm}^2/\text{mm}/\text{s}/\text{cmHg}$ 以上の材料で形成したことを特徴とする超臨界流体抽出装置。

## 【手続補正書】

【提出日】平成4年7月7日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

## 【補正内容】

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 内部が密閉され、この内部に上下方向に超臨界流体が通される外側容器と、この外側容器内に上から挿入され、上下部に上記超臨界流体が通過可能なフィルタが設けられ、内部に被処理物を収納する内側容器とを備えた超臨界流体抽出装置において、上記内側容器の上端部近傍の外周面に、上記外側容器の内周面との接触によりこの外側容器と上記内側容器との間をシールするシール部材を設けるとともに、上記内側容器の下端部近傍の外周面に、両容器よりも柔らかい材質を有し、上記内側容器の外周面と上記外側容器の内周面との接触を阻止するガイド部材を設けたことを特徴とする超臨界流体抽出装置。

【請求項2】 内部が密閉され、この内部に上下方向に超臨界流体が通される外側容器と、この外側容器内に上から挿入され、上下部に上記超臨界流体が通過可能なフィルタが設けられ、内部に被処理物を収納する内側容器とを備えた超臨界流体抽出装置において、上記外側容器の下端部近傍の内周面に、上記内側容器の外周面との接触によりこの内側容器と外側容器との間をシールするシール部材を設けるとともに、上記外側容器の上端部近傍の内周面に、両容器よりも柔らかい材質を有し、上記外側容器の内周面と内側容器の外周面との接触を阻止するガイド部材を設けたことを特徴とする超臨界流体抽出装置。

## 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】削除

## 【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0035

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0035】この結果と、図6とを照らし合わせると、二酸化炭素を超臨界流体として用いた場合には、引張強度が  $250\text{kgf}/\text{cm}^2$  以上の材質、もしくはガス透過率が  $10000 \times 10^{-10} \times \text{cc} \cdot \text{mm} / (\text{cm}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{cmHg})$  以上の材質がシール

材に特に適していることがわかる。すなわち、この条件を満たす材料でシール部材20、30を形成することにより、シール材に膨潤を起こすことなく、良好なシール状態を長期にわたって維持することができる。また、上記図7及び表1には示していないが、引張強度が  $250\text{kg}/\text{cm}^2$  以上である四フッ化樹脂(ポリテトラフルオロエチレン樹脂)からなるものも良好な結果が得られることが確認されている。

## 【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0036

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0036】さらに、耐久テスト、すなわち各サンプルを実際の運転条件(摺動を伴う条件)下においてその寿命を調べる検査を行ったところ、上記四フッ化樹脂はシリコンゴムの90倍、フッ素ゴムの6倍の耐久性を有していることが確認できた。以上の結果をまとめると、引張強度が  $250\text{kg}/\text{cm}^2$  以上という条件、もしくはガス透過率が  $10000 \times 10^{-10} \times \text{cc} \cdot \text{mm} / (\text{cm}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{cmHg})$  以上という条件を満たすものがシール部材の材質として好適であり、特に四フッ化樹脂が最適であるといえる。

## 【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】削除

## 【手続補正6】

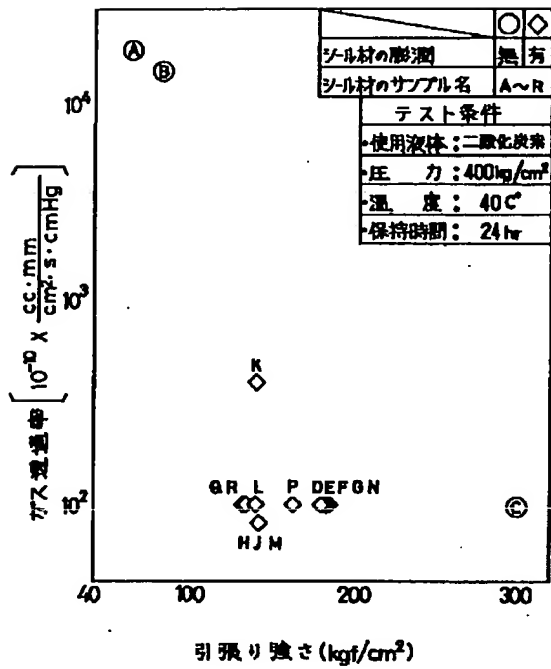
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図6

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 豊 秀喜

神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号 株式  
会社神戸製鋼所神戸本社内

(72)発明者 竹中 守

神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号 株式  
会社神戸製鋼所神戸本社内

L10 ANSWER 25 OF 53 CA COPYRIGHT 2003 ACS on STN  
 AN 120:137791 CA  
 TI Apparatus for supercritical fluid extraction  
 IN Ichinomya, Makoto; Kato, Osamu; Nishida, Hideo; Yutaka, Hideki; Takenaka, Mamoru  
 PA Kobe Steel Ltd, Japan  
 SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 10 pp.  
 PI JP 05305202 A2 19931119 JP 1992-111600 19920430  
 PRAI JP 1992-111600 19920430  
 AB In a supercrit. fluid extn. app. comprising an external vessel and an inserted internal vessel for contg. substance to be treated by supercrit. fluid (e.g., CO<sub>2</sub>) flowing in vertical direction, sealing member(s) (e.g., PTFE) is arranged between the outer- and inner circumferential surfaces of the internal- and external vessel adjacent to their upper (or lower) end, and guide member(s) softer than the 2 vessels is arranged between the outer- and inner circumferential surfaces of the internal- and external vessel adjacent to their lower (or upper) end for preventing contacting of the 2 vessels. The sealing member(s) has tensile strength  $\geq 250$  kg/cm<sup>2</sup>, and gas permeability  $\geq 10000 \times 10^{-10}$  cm<sup>3</sup>-mm/(cm<sup>2</sup>-s-cmHg). The app. is used for extn. of desired substances from solid substances, e.g., natural products, etc.

L2: Entry 1 of 1

File: DWPI

Nov 19, 1993

DERWENT-ACC-NO: 1993-408378  
 DERWENT-WEEK: 199941  
 COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Ultra critical fluid extractor - comprises inner vessel having filters inserted in outer vessel, sealing component on top edge of inner vessel and guide component

PRIORITY-DATA: 1992JP-0111600 (April 30, 1992)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 05305202 A	November 19, 1993		010	B01D011/00
JP 2942660 B2	August 30, 1999		009	B01D011/00

INT-CL (IPC): B01D 11/00; C09K 3/10

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 05305202A  
 BASIC-ABSTRACT:

Ultra critical fluid is passed vertically through an outer vessel. An inner vessel has filters passing the fluid on its top and bottom and loads the fluid. The inner vessel is inserted in the outer vessel. A sealing component is placed on the outer circumference of the top edge of the inner vessel. A guide component is placed on the outer circumference of the bottom of the inner vessel. The sealing component is formed from material having a tensile strength of at least 250kgf/cm<sup>2</sup> and gas permeating rate of at least 10000cm<sup>3</sup>/cm<sup>2</sup>/mm/s/cmHg.

USE - The appts. extracts selected substances from solid substance e.g. natural substance, ceramics etc.